

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 0 999 402 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
10.05.2000 Bulletin 2000/19

(51) Int Cl.7: **F17C 13/02, F17C 5/00,  
F17C 7/00, F17C 9/00**

(21) Numéro de dépôt: **99402685.4**

(22) Date de dépôt: **28.10.1999**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

- Jullien, Paul  
97310 Kourou (GY)
- Marnas, Pierre  
97310 Kourou (GY)
- Wallez, Robert  
92260 Fontenay-aux-Roses (FR)

(30) Priorité: **06.11.1998 FR 9814024**

(71) Demandeur: **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME  
POUR  
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES  
GEORGES CLAUDE  
75321 Paris Cédex 07 (FR)**

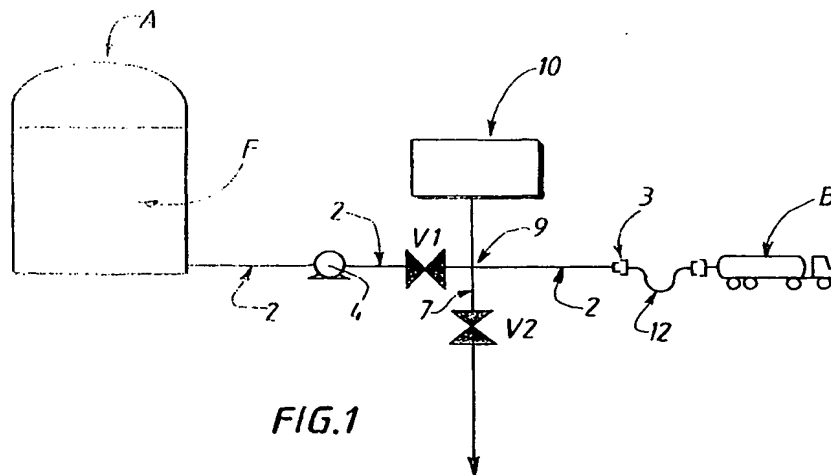
(74) Mandataire: **Le Moenner, Gabriel et al  
L'Air Liquide S.A.,  
DSPI,  
Service Brevets et Marques,  
75 Quai d'Orsay  
75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(72) Inventeurs:  
• Mayzou, Jean  
44160 Pont Château (FR)

(54) **Dispositif de raccordement et de transfert d'un fluide entre un réservoir donneur et un réservoir receveur**

(57) Procédé et dispositif de raccordement d'au moins un réservoir donneur (A), tel un réservoir de stockage, à au moins un réservoir receveur (B), tel un camion-citerne, pour le transfert d'un fluide dudit au moins un réservoir donneur (A) audit au moins un réservoir receveur (B) comportant au moins une ligne de transfert

(2) de fluide comportant au moins un premier organe (3) de raccordement audit réservoir receveur (B) ; une vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère raccordée à la ligne de transfert (2) ; et, un analyseur (10) raccordé à la ligne de transfert (2) notamment pour suivre, en permanence, durant le transfert la pureté du fluide transféré.



**FIG.1**

## Description

[0001] La présente invention concerne un dispositif de raccordement d'au moins un réservoir donneur, tel un réservoir de stockage, à au moins un réservoir récepteur, tel un camion-citerne, et un procédé de transfert de fluide, en particulier de fluide cryogénique, entre lesdits réservoirs donneur et récepteur.

[0002] Il est connu que le transfert d'un fluide, notamment d'un fluide cryogénique, tel l'azote, entre un réservoir donneur et un réservoir récepteur est susceptible d'engendrer une pollution plus ou moins importante du fluide ainsi transféré par des impuretés susceptibles de se trouver dans les moyens de raccordement reliant les deux réservoirs, et tels les canalisations et autres flexibles de raccordement.

[0003] Pour des raisons d'assurance qualité, il est souhaitable de pouvoir minimiser la pollution du fluide transféré par de telles impuretés, en particulier lorsque le fluide est destiné à des applications nécessitant un fluide de haute pureté, par exemple de l'azote ultra pur destiné à être utilisé dans le domaine électronique.

[0004] Le but de la présente invention est alors de proposer un procédé et un dispositif permettant de garantir une contamination minimale d'un fluide lors de son transfert d'un réservoir donneur à un réservoir récepteur ou receveur, en particulier un fluide cryogénique, tel l'azote.

[0005] La présente invention concerne alors un dispositif de raccordement d'au moins un réservoir donneur à au moins un réservoir receveur pour le transfert d'un fluide dudit au moins un réservoir donneur audit au moins un réservoir receveur comportant au moins une ligne de transfert de fluide comportant au moins un premier organe de raccordement audit réservoir receveur ; une vanne de mise à l'atmosphère raccordée à la ligne de transfert ; et un analyseur raccordé à la ligne de transfert.

[0006] Selon le cas, le dispositif selon l'invention peut comprendre l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- l'analyseur est raccordé à la ligne de transfert entre la vanne de mise à l'atmosphère et le premier organe de raccordement de la ligne de transfert ;
- l'analyseur et la vanne de mise à l'atmosphère sont raccordés par un raccord unique à la ligne de transfert ;
- au moins le réservoir récepteur est mobile, de préférence choisi dans le groupe formé par les camions citernes et les wagons citernes ;
- au moins une vanne de contrôle de l'écoulement de fluide est agencée sur la ligne de transfert, de préférence ladite vanne de contrôle de l'écoulement de fluide est agencée entre le réservoir donneur et la vanne de mise à l'atmosphère.

[0007] L'invention concerne, en outre, un procédé de

purge d'au moins une partie d'une ligne de transfert de fluide reliant au moins un réservoir donneur à au moins un réservoir récepteur, ladite ligne de transfert comprenant au moins un raccord avec une vanne de mise à l'air et un analyseur raccordé à la ligne de transfert entre la vanne de mise à l'air et un premier organe de raccordement de la ligne de transfert au réservoir récepteur, comprenant au moins :

- une étape de purge à contre-courant de la ligne de transfert à l'aide d'un fluide de purge issu du réservoir récepteur ; et,
- une étape de détermination de la teneur en au moins une impureté du fluide de purge.

[0008] Selon un autre aspect, l'invention concerne également un procédé de transfert d'un fluide cryogénique d'au moins un réservoir donneur vers au moins un réservoir receveur, dans lequel on procède à une purge d'au moins une partie d'une ligne de transfert reliant lesdits réservoirs donneur et receveur selon un procédé de purge tel celui sus-décrit.

[0009] Selon le cas, le procédé de transfert selon l'invention peut comprendre l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- on commence à réaliser le transfert de fluide cryogénique pour une pression du fluide de purge supérieure à un seuil de pression prédéterminé et/ou pour une teneur en impuretés du fluide de purge inférieure à un seuil d'impuretés prédéterminé ; ledit seuil d'impuretés étant, en général, fonction de la nature du fluide et des spécifications à respecter, et peut varier par exemple de quelques ppm à quelques ppb ;
- durant le transfert du fluide cryogénique, on détermine, de préférence en continu, la teneur en au moins une impureté du fluide cryogénique ainsi transféré ;
- ledit fluide cryogénique est choisi dans le groupe formé par les gaz rares, l'oxygène, l'hydrogène, le dioxyde de carbone, l'azote ou leurs mélanges ;
- les impuretés sont dans le groupe formé par le CO<sub>2</sub>, le CO ou leurs mélanges ;
- le seuil de pression prédéterminé est d'au moins 2.10<sup>4</sup> Pa environ.

[0010] L'invention va maintenant être décrite plus en détail à l'aide de la figure annexée, donnée à titre illustratif mais non limitatif.

[0011] La figure annexée est une vue schématique d'un dispositif de raccordement selon la présente invention permettant de transférer un fluide cryogénique, par exemple de l'azote, entre un réservoir donneur A et un réservoir récepteur ou receveur B.

[0012] Dans ce cas, le réservoir donneur A est une citerne ou une capacité de stockage et le réservoir receveur B est un camion citerne mobile.

**[0013]** Le dispositif de raccordement comporte une ligne de transfert 2 reliant le réservoir donneur A au réservoir récepteur B, laquelle ligne de transfert comporte un compresseur 4, une vanne  $V_1$  de contrôle de l'écoulement du fluide dans la ligne 2, une vanne  $V_2$  de mise à l'atmosphère, et un organe 3 de raccordement de la ligne 2 au réservoir receveur B directement ou indirectement, c'est-à-dire par l'intermédiaire d'un moyen de liaison, tel un flexible de raccordement 12.

**[0014]** La partie de la ligne 2 de transfert située entre la vanne  $V_1$  et l'organe de raccordement 3 est appelée circuit de purge.

**[0015]** Lorsque l'on souhaite réaliser un transfert d'un fluide F contenu dans le réservoir donneur A vers le réservoir récepteur B, on réalise d'abord, selon l'invention, une purge de la partie de la ligne 2 de transfert située entre la vanne  $V_1$  et les moyens de raccordement 3.

**[0016]** Pour ce faire, on procède à une purge par balayage gazeux à contre-courant de la partie de la ligne 2 de transfert à purger à l'aide du gaz résiduel contenu dans le réservoir récepteur B.

**[0017]** Le gaz résiduel contenu dans le réservoir récepteur B sort donc de ce réservoir B en s'écoulant par le flexible 12 et par le circuit de purge de la ligne 2 de transfert, avant d'être évacué à l'atmosphère par la vanne  $V_2$  de mise à l'atmosphère qui est alors en position ouverte.

**[0018]** L'écoulement du gaz résiduel dans la ligne 2 de transfert entraîne un balayage gazeux de celle-ci et, par là même, une élimination efficace des impuretés susceptibles de s'y trouver.

**[0019]** Afin de garantir que la teneur en impuretés indésirables est minimale dans la ligne 2, un analyseur 10, raccordé à la ligne de transfert 2, suit en permanence l'évolution de la teneur en l'une ou plusieurs impuretés susceptibles d'être présentes à l'intérieur de la ligne 2 de transfert et/ou dans le flexible 12 de raccordement.

**[0020]** En fait, l'analyseur 10 suit, en permanence pendant le balayage gazeux, la teneur en impuretés du flux de gaz de purge circulant à contre-courant dans la ligne 2 de transfert entre l'organe 3 de raccordement et la vanne  $V_2$  de mise à l'atmosphère.

**[0021]** Lorsque la teneur du gaz de purge en la ou lesdites impuretés devient inférieure à une valeur seuil prédéterminée, on arrête le balayage de purge, on ferme la vanne  $V_2$  de mise à l'air, on ouvre la vanne  $V_1$  pour permettre un écoulement du fluide depuis le réservoir donneur A jusque dans le réservoir récepteur B.

**[0022]** De préférence, après le balayage de purge, on ferme la vanne  $V_2$ , on ouvre la vanne  $V_1$  et on réalise une analyse, préférentiellement en continu, du fluide circulant dans la ligne de transfert 2 pendant toute la durée dudit transfert. Ceci permet de garantir la qualité et la pureté du fluide envoyé et stocké dans le réservoir récepteur B.

**[0023]** Si nécessaire, pour faciliter l'écoulement du fluide à travers la ligne de transfert 2, il est souhaitable, voire dans certains cas nécessaire, de procéder à une

recompression dudit fluide au moyen du compresseur 4 agencé sur la ligne 2 en amont de la vanne  $V_1$ .

**[0024]** En procédant à une purge de la ligne 2 de transfert et/ou du flexible 12 reliant les réservoirs, préalablement au début du transfert proprement dit de fluide, il est possible de minimiser la quantité d'impuretés indésirables incorporées au fluide durant le transfert.

**[0025]** Le dispositif et le procédé selon l'invention sont applicables aux fluides cryogéniques sous forme liquide ou gazeuse, tels notamment l'oxygène, l'hydrogène, le dioxyde de carbone, l'azote, ou les gaz rares.

**[0026]** En outre, selon l'invention, afin de garantir une pureté élevée du gaz ou du fluide transféré, préalablement à la purge à contre-courant de la ligne de transfert 2 à l'aide du fluide de purge issu du réservoir receveur B, on opère avantageusement à

- d'une part, une détermination de la teneur en impuretés dudit fluide de purge contenu dans le réservoir receveur B, et à une comparaison de la valeur de teneur en impuretés dudit fluide de purge ainsi déterminée avec une valeur de pureté-seuil préfixée ; et
- d'autre part, à une détermination de la pression dudit fluide de purge contenu dans le réservoir receveur B et à une comparaison de la valeur de pression ainsi déterminée avec une valeur de pression-seuil préfixée.

**[0027]** Ensuite, on commence la purge à contre-courant de la ligne de transfert 2 à l'aide du fluide de purge issu du réservoir receveur B, seulement si la valeur de teneur en impuretés dudit fluide de purge est inférieure à la valeur de pureté-seuil préfixée, par exemple une impureté telle que l'azote, l'oxygène ou l'argon, selon le cas, et/ou seulement si la valeur de pression déterminée est supérieure ou égale une valeur de pression-seuil préfixée, par exemple une pression minimale de 0.2 bar, de manière à vérifier que le réservoir B, par exemple un camion-citerne, a bien conservé une atmosphère résiduelle de fluide utilisable pour la purge, c'est-à-dire qu'il n'a pas été pollué par des entrées d'air atmosphérique.

**[0028]** De préférence, on contrôle à la fois la pression et la teneur en impuretés du gaz ou fluide contenu dans le réservoir B servant à la purge. Dans ce cas, seule une conformité simultanée de ces deux paramètres autorise la mise en fonctionnement de la pompe de transfert de fluide.

**[0029]** De préférence, on utilise un même analyseur pour contrôler la qualité du gaz de purge et réaliser ensuite la qualité du gaz transféré depuis le réservoir donneur jusqu'au camion citerne, et ce jusqu'à la fin du remplissage.

**[0030]** Avantageusement, en dehors des séquences de chargement, l'analyseur mesure, de préférence en permanence, la qualité du produit contenu dans le réservoir de stockage.

**[0031]** Le procédé selon l'invention est, en outre, par-

ticulièrement avantageux car il évite de réaliser des contrôles qualité après chargement du fluide, c'est-à-dire qu'il engendre ainsi une diminution notable des coûts de chargement.

## Revendications

1. Dispositif de raccordement d'au moins un réservoir donneur (A) à au moins un réservoir receveur (B) pour le transfert d'un fluide dudit au moins un réservoir donneur (A) audit au moins un réservoir receveur (B) comportant au moins :
  - une ligne de transfert (2) de fluide comportant au moins un premier organe (3) de raccordement audit réservoir receveur (B) ;
  - une vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère raccordée à la ligne de transfert (2); et,
  - un analyseur (10) raccordé à la ligne de transfert (2).
2. Dispositif selon la revendication, 1, caractérisé en ce que l'analyseur (10) est raccordé à la ligne de transfert (2) entre la vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère et le premier organe (3) de raccordement de la ligne de transfert avec le réservoir receveur (B).
3. Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'analyseur et la vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère sont raccordés par un raccord unique (9) à la ligne de transfert (2).
4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'au moins le réservoir récepteur (B) est mobile, de préférence choisi dans le groupe formé par les camions citernes et les wagons citernes.
5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'au moins une vanne de contrôle ( $V_1$ ) de l'écoulement de fluide est agencée sur la ligne de transfert (2), de préférence ladite vanne de contrôle ( $V_1$ ) de l'écoulement de fluide est agencée entre le réservoir donneur (A) et la vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère.
6. Procédé de purge d'au moins une partie d'une ligne de transfert (2) de fluide reliant au moins un réservoir donneur (A) à au moins un réservoir récepteur (B), ladite ligne de transfert (2) comprenant une vanne ( $V_2$ ) de mise à l'atmosphère et un premier organe (3) de raccordement audit réservoir receveur (B), et un analyseur raccordé à la ligne de transfert (2) entre la vanne ( $V_2$ ) de mise à l'air et le premier organe de raccordement (3) de la ligne de transfert (2) comprenant au moins :
  - une purge a contre-courant de la ligne de transfert (2) à l'aide d'un fluide de purge issu du réservoir receveur (B); et,
  - une détermination de la teneur en au moins une impureté dans le fluide de purge circulant dans au moins une partie de ladite ligne de transfert (2).
7. Procédé de transfert d'un fluide cryogénique d'au moins un réservoir donneur (A) vers au moins un réservoir receveur (B) dans lequel on procède à une purge d'au moins une partie d'une ligne de transfert (2) reliant lesdits réservoirs donneur (A) et receveur (B) selon un procédé de purge selon la revendication 6.
8. Procédé de transfert selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on opère le transfert de fluide cryogénique après la purge de la ligne de transfert (2).
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'on commence à réaliser un transfert de fluide cryogénique pour une pression du fluide de purge supérieure à un seuil de pression prédéterminé et/ou pour une teneur en impuretés du fluide de purge inférieure à un seuil d'impuretés prédéterminé.
10. Procédé selon l'une des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que, pendant le transfert du fluide cryogénique, on détermine, de préférence en continu, la teneur en au moins une impureté du fluide cryogénique ainsi transféré.
11. Procédé selon l'une des revendications 7 à 10, caractérisé en ce que ledit fluide cryogénique est choisi dans le groupe formé par les gaz rares, l'oxygène, l'hydrogène, le dioxyde de carbone, l'azote ou leurs mélanges.
12. Procédé selon l'une des revendications 7 à 11, caractérisé en ce que les impuretés sont dans le groupe formé par le  $\text{CO}_2$ , le CO ou leurs mélanges.
13. Procédé selon l'une des revendications 8 à 12, caractérisé en ce que le seuil de pression prédéterminé est d'au moins  $2 \cdot 10^4$  Pa.
14. Procédé selon l'une des revendications 8 à 13, caractérisé en ce que, préalablement à la purge à contre-courant de la ligne de transfert (2) à l'aide du fluide de purge issu du réservoir receveur (B), on opère :
  - une détermination de la teneur en l'une au moins desdites impuretés dudit fluide de purge contenu dans le réservoir receveur (B), et
  - une comparaison de la valeur de teneur en au

moins une desdites impuretés audit fluide de purge ainsi déterminée avec une valeur de pureté-seuil préfixée.

15. Procédé selon l'une des revendications 8 à 14, caractérisé en ce que, préalablement à la purge à contre-courant de la ligne de transfert (2) à l'aide du fluide de purge issu du réservoir receveur (B), on opère :

10

- une détermination de la pression dudit fluide de purge contenu dans le réservoir receveur (B), et

- une comparaison de la valeur de pression ainsi déterminée avec une valeur de pression-seuil préfixée.

15

16. Procédé selon l'une des revendications 14 ou 15, caractérisé en ce qu'on effectue la purge à contre-courant de la ligne de transfert (2) à l'aide du fluide de purge issu du réservoir receveur (B), lorsque la valeur de teneur en au moins une desdites impuretés dudit fluide de purge est inférieure à la valeur de pureté-seuil préfixée et/ou lorsque la valeur de pression déterminée est supérieure ou égale une valeur de pression-seuil préfixée.

20

25

30

35

40

45

50

55

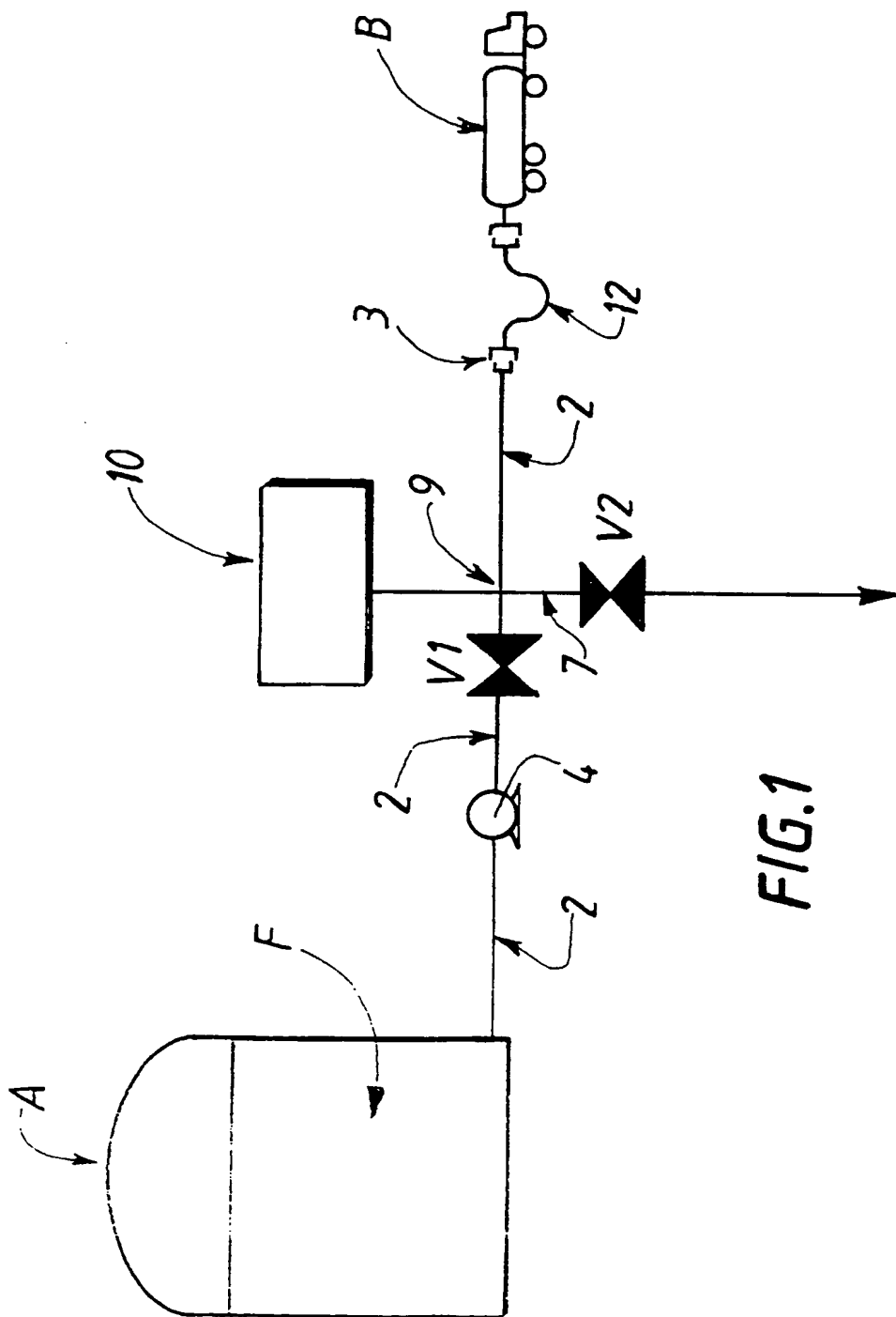


FIG.1



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 2685

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A	US 4 856 284 A (MATTIOLA PAUL A ET AL) 15 août 1989 (1989-08-15) * le document en entier *	1	F17C13/02 F17C5/00 F17C7/00 F17C9/00
A	US 5 495 875 A (BENNING MICHAEL A ET AL) 5 mars 1996 (1996-03-05) * le document en entier *	1	
A	FR 2 219 373 A (SCOTT RESEARCH LAB INC) 20 septembre 1974 (1974-09-20) * le document en entier *	1	
A	EP 0 463 265 A (AIR LIQUIDE ;SIO IND OSSIGENO ALTRI GAS (IT)) 2 janvier 1992 (1992-01-02) * le document en entier *	1	
A	US 5 681 613 A (HANSEN KEITH J) 28 octobre 1997 (1997-10-28) NOTAMMENT COLONNE 7, LIGNES 53-54	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			F17C C23C B67D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche <b>LA HAYE</b>		Date d'achèvement de la recherche <b>24 février 2000</b>	Examineur <b>Devisme, F</b>
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : antérie-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1203 03.92 (P0402)

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 2685

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-02-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4856284 A	15-08-1989	US 4881375 A US 4881374 A	21-11-1989 21-11-1989
US 5495875 A	05-03-1996	AUCUN	
FR 2219373 A	20-09-1974	US 3856033 A US 3948281 A AT 350821 B AT 135974 A BE 811486 A CA 996354 A DD 110699 A DE 2408378 A GB 1449929 A IT 1008274 B JP 984108 C JP 50030589 A JP 54019277 B LU 69469 A NL 7402477 A SE 407276 B CA 1012357 A	24-12-1974 06-04-1976 25-06-1979 15-11-1978 17-06-1974 07-09-1976 05-01-1975 05-09-1974 15-09-1976 10-11-1976 22-01-1980 26-03-1975 13-07-1979 05-06-1974 26-08-1974 19-03-1976 21-06-1977
EP 0463265 A	02-01-1992	DE 69003941 D DE 69003941 T DK 463265 T JP 4231799 A	18-11-1993 10-02-1994 14-03-1994 20-08-1992
US 5681613 A	28-10-1997	US 5391394 A US 5853804 A US 5914001 A EP 0437110 A JP 4226029 A KR 187485 B US 5123375 A US 5180432 A US 5203956 A US 5211796 A	21-02-1995 29-12-1998 22-06-1999 17-07-1991 14-08-1992 15-04-1999 23-06-1992 19-01-1995 20-04-1993 18-05-1993

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**